

III. METODOLOGI

3.1 Materi dan Metode Penelitian

3.1.1 Materi Penelitian

Materi penelitian meliputi pengukuran kandungan organophosphat pada Chironomidae dan substrat serta pengukuran parameter kualitas air fisika dan kimia.

3.1.2 Metode Penelitian

Metode yang digunakan dalam penelitian ini adalah metode deskriptif yaitu prosedur pemecahan masalah yang diselidiki dengan menggambarkan atau melukiskan keadaan objek penelitian pada saat sekarang berdasarkan fakta-fakta yang tampak atau sebagaimana adanya (Nawawi, 1987). Teknik pengambilan data dilakukan dengan observasi secara langsung terhadap objek yang diteliti yaitu Chironomidae dan substrat dalam hubungannya dengan kandungan residu bahan aktif Diazinon dan Klorpirifos

Penelitian ini dilakukan di perairan Sungai Brantas bagian hulu, karena diduga bagian hulu sungai ini telah terjadi pencemaran.. Pengambilan data dilakukan di 3 (tiga) stasiun yang dilewati sungai Brantas di wilayah Kota Batu yaitu :

- Stasiun I : Desa Tulungrejo
- Stasiun II : Desa Sisir
- Stasiun III : Desa Temas

Stasiun I berada di kecamatan Bumiaji yang merupakan desa pertama yang dilewati mata air Sungai Brantas yang ada di Kota batu. Pada Stasiun II berada di Desa Sisir, yang merupakan bagian tengah dari aliran Sungai Brantas. Sedangkan Stasiun III berada di kecamatan Junrejo, daerah ini merupakan daerah hilir dari Sungai Brantas di Kota Batu. Input kegiatan pertanian paling tinggi.

Pengambilan sample dilakukan 3 (tiga) kali dengan jangka waktu seminggu sekali dimana hasilnya akan dianalisa sebagai angka kisaran.

3.2 Teknik Pengambilan Data

1.1.1 Data Primer

Data primer di peroleh dari hasil pengamatan dan penelitian langsung di lapangan. Data primer ini berupa nilai kisaran pengukuran kandungan organophospat pada Chironomidae dan substrat, kelimpahan Chironomidae, dan hasil pengukuran kualitas air.

2.1.2 Data Sekunder

Data sekunder berupa data penunjang yang diperlukan untuk menyempurnakan hasil penelitian. Dalam penelitian ini data sekunder yang diambil adalah data ketinggian daerah masing-masing stasiun, data debit sungai di masing-masing daerah, data letak geografis wilayah, dan data curah hujan.

3.3 Parameter Kualitas Air

Parameter yang diukur dan diamati meliputi parameter air. Data nir air meliputi kecepatan arus, debit sungai dan curah hujan. Data tentang debit sungai dan curah hujan diperoleh dari Dinas SDAE kota Batu. Untuk analisa air meliputi Suhu, DO, pH, dan TOM. Data tentang organophospart diperoleh dengan menganalisa kandungan organophospat pada substrat dan Chironomidae. Gambaran mengenai parameter yang dianalisa dan metode yang digunakan Dalam pengukuran parameter air adalah sebagai berikut :

No	Parameter yang diamati	Metode ^(**) /Alat ^(*) yang digunakan
1	Parameter Fisika - Kecepatan Arus (m/s) - Suhu (°C)	Konvensional ^(**) Termometer Hg ^(*)
2	Parameter kimia - DO (mg/l) - pH - TOM (mg/l)	- Titrimetri /metode winkler ^(**) - pH pen ^(*) - Titrimetri ^(**)
3	Analisa organophospat pada Chironomidae dan substrat	GC (Gas Chromatogrfi) ^(**)

3.4 Metode Pengukuran Parameter

Parameter Fisika

3. 4. 1 Kecepatan arus (Sastrawijaya, 1991 *dalam* Erfiati, 2005)

1. Berdiri di tengah arus
2. Memasang stopwatch dan meletakan bola di ujung tali di air yang telah diberi pemberat
3. Begitu bola menyentuh air, *stopwatch* dipasang

4. Saat tali terasa tegang karena bola sudah sampai sejauh panjang tali, arloji dihentikan
5. Diusahakan tangan pemegang tali selalu berada dekat dengan permukaan air
6. Pekerjaan dilakukan 3-4 kali
7. Menghitung hasilnya dalam m/detik

3. 4. 2 Suhu

Menurut Bloom (1988), pengukuran suhu menggunakan thermometer dengan satuan $^{\circ}\text{C}$ dengan cara kerja sebagai berikut :

1. Memasukkan thermometer pada air contoh yang akan diukur temperaturnya, didiamkan beberapa saat.
2. Mencatat angka yang tertera pada thermometer.

Parameter Kimia

3. 4. 3 DO

Metode pengukuran DO atau okesigen terlarit menurut heriyasi *et al* (1992) adalah :

1. Air sampel dimasukkan ke dalam botol DO sampai meluap (tidak sampai terjadi gelembung udara), ditutup kembali
2. Ditambahkan 2 ml mangan sulfat (MnSO_4) daan 2 ml NaOHKI kemudian membolak-balik botol ± 20 kali. Dibiarkan beberapa saat hingga endpan coklat terbentuk secara sempurna.

3. Ditambahkan 2 ml H_2SO_4 pekat dengan hati-hati. Aduk dengan cara yang sama hingga semua endapan larut.
4. ditambahkan 3-4 tetes indikator amilum hingga terbentuk warna biru. Dilanjutkan dengan titrasi Na-Thiosulfat hingga tepat berwarna bening.
5. Perhitungan DO (mg/l) :

$$\frac{(\text{ml titran}) \times (\text{Normalitas thiosulfat}) \times 8 \times 1000}{(\text{ml sample}) \times (\text{ml botol DO} - \text{ml reagen yang terpakai})}$$

ml botol DO

3. 4. 4 Derajat Keasaman (pH)

Menurut Bloom (1988), pengukuran pH menggunakan pH pen dengan cara kerja sebagai berikut :

1. Mencuci ujung pH pen dengan aquades dan dikalibrasi sehingga pH pen menunjukkan angka 7.
2. Memasukkan ujung pH pen ke dalam air contoh.
3. Melihat angka yang ditunjukkan pada layar pen tersebut kemudian dicatat.

3. 4. 5 TOM (Total Organic Matter) (Anonymous, 2005b)

1. Mengambil 50 ml air sample dan memasukkannya ke dalam Erlenmeyer
2. Menambahkan 9,5 ml KMnO_4 dari buret
3. Menambahkan 10 ml H_2SO_4 (1:4)
4. Memanaskan sampai suhu $70 - 80^\circ \text{C}$ kemudian diangkat

5. Bila suhu telah turun hingga 60 – 70 °C langsung menambahkan Na – Oxalat 0,01 N perlahan sampai tidak berwarna.
6. Segera lakukan titrasi dengan KMnO_4 sampai merah jambu atau pink, mencatat ml titran yang digunakan (dicatat sebagai x ml)
7. Melakukan prosedur yang sama untuk 50 ml aquades dan mencatat ml titran sebagai y ml
8. melakukan perhitungan dengan menggunakan rumus :

$$\text{TOM (mg/l)} : \frac{(X-Y) \times 31,6 \times 0,01 \times 1000}{\text{ml sample}}$$

dimana : X = ml titran untuk air sample

Y = ml titran untuk aquades

31,6 = 1/5 dari BM KMnO_4

0,01 = N KMnO_4

Analisa Organophosphat (Anynomous, 2005)

Untuk analisa pada sediment dari Chironomidae ini dilakukan cara yang sama, hanya sample yang dianalisa berbeda. Cara analisa kandungan pestisida pada sample dilakukan dengan cara :

1. Pengumpulan sample : memasukkan ke dalam botol kaca
2. Ekstrasi sample :
 - a. Mengukur 20 gram sample padat pada gelas Erlenmeyer 125 ml
 - b. Menambahkan 100 ml (75 : 25) campuran heksane –isopropil dan aduk pada blender selama 30-45 detik.

- c. Mengendapkan sampai sample mengendap dan terpisah.
- d. Memipet 20 ml aliquot ke dalam 100 ml botol volume yang berisi 25-30 ml aquades dan mengaduk dengan kuat selama 1-2 menit.
- e. Menambahkan air pada botol sehingga hexane mengalir ke leher dari botol volume dan membiarkan botol diam sehingga hexane mengalir seluruhnya
- f. Memindahkan sample dari aliran heksane dari botol volume dan meletakkannya pada botol untuk menganalisa pada GC dan GC/MS. Berhati-hati dalam memindahkan jangan sampai tercampur antara heksane dan air.
- g. Mempersiapkan 100 ppm larutan standart untuk organophosphat dalam heksane. Kemudian menyiapkan beberapa standart untuk menyiapkan kurva standart. Kurva standart sangat diperlukan untuk membuat ECD (*electron Capture Detector*) karena mempunyai wilayah dari respon linier

3. GC Analisis

- a. Menganalisis 1 μ l dari larutan standart pada GC dengan menggunakan FID detector dan ECD. Pada kondisi pada GC mencoba sebuah injector pada suhu 250°C dan pada awal suhu oven pada 150 °C. mengusahakan untuk mengatur suhu yang optimal untuk analisa. Menentukan waktu retensi untuk setiap pestisida menggunakan aturan suhu.

- b. Menganalisa 1 µl sample hasil ekstraksi pada GIC menggunakan detector FID dan detector ECD. Jika sampel terdeteksi maka periksa semua standart untuk perhitungan, membuat beberapa larutan atau konsentrasi dari sample yang diperlukan untuk perhitungan. Sample dapat dikumpulkan dengan menggunakan penguap nitrogen.
- c. Setelah menganalisa sample pada GC, memeriksa sample pada GC/MS dan mengidentifikasi kandungan bahan aktif dan beberapa puncak kromatografi yang tidak diketahui.
- d. Menghitung konsentrasi organophosphat pada sample

4. Sampel Perhitungan

Menghitung kadar organophosphat dalam sample dengan menggunakan rumus :

$$\text{Kadar Organophosphat (g/L)} = \frac{A \times B \times C \times D}{E \times F \times G}$$

Dimana : A = Larutan baku pestisida

B = Tinggi puncak sample

C = Volume akhir ekstrak

D = Faktor pengenceran

E = Tinggi puncak larutan baku

F = Volume ekstrak yang disuntikkan

G = Volume sample yang diekstrak

3.5 Metode Pengambilan Chironomidae

- Mengambil sample Chironomidaae dengan menggunakan *Eckman Grab* Milbronk and Wiederholm (1973) *dalam* Downing dan Rigler (1984)
- Sampel dalam saringan dibilas untuk memisahkan Lumpur dari benda-benda berukuran besar
- Pemisahan atau sortasi dengan menggunakan pinset dan dengan bantuan mikroskop stereo
- Chironomidae hasil sortasi dimasukkan ke dalam gelas kaca dan ditutup untuk menghindari menguapnya organophospat

3.6 Analisa Data

Menurut Bogdan dan Taylor (1975) *dalam* Hasan (2002) analisa data adalah proses yang merinci usaha formal untuk menemukan tema dan merumuskan hipotesis (ide) seperti yang disarankan oleh data dan sebagai usaha untuk memberikan bantuan pada tema dan hipotesis itu.

Untuk mengetahui pencemaran yang terjadi di perairan hulu Sungai Brantas, dilakukan dengan membandingkan kandungan residu bahan aktif Klorpirifos dan Diazinon pada Chironomidae dan substrat pada masing-masing stasiun dengan menggunakan uji t. Menurut Walpole (1982) untuk dapat menyatakan jawaban yang benar terhadap hipotesa maka dilakukan langkah-langkah penyelesaian yaitu:

- a. Menghitung beda nilai rata-rata kedua perlakuan
- b. Menghitung penduga gabungan bagi ragam dan standart error
- c. Membandingkan t hitung terhadap daftar : t table ada dua tingkat signifikan, yaitu sebesar 5 % dan 1%
- d. Jika t hitung $> 5\%$ tapi lebih kecil dari t 1%, maka percobaan tersebut dikatakan nyata: artinya 95 % dari perbedaan yang terjadi memang benar, sedangkan yang 5% Karena pengaruh kebetulan.
- e. Jika t hitung $> t$ table 1%, maka dikatakan bahwa perbedaan yang terjadi memang benar sedangkan 1% karena pengaruh kebetulan
- f. Jika t hitung $<$ dari t table 5%, maka dikatakan bahwa perbedaan tersebut tidak nyata karena lebih dari 5% karena pengaruh kebetulan.